

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-094804
 (43)Date of publication of application : 14.04.1998

(51)Int.Cl. B21B 3/02
 B21B 17/00
 C22C 14/00

(21)Application number : 08-252102
 (22)Date of filing : 24.09.1996

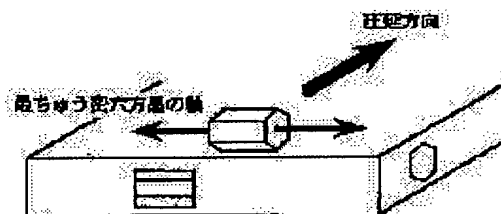
(71)Applicant : NIPPON STEEL CORP
 (72)Inventor : FUJII HIDEKI
 SOEDA SEIICHI
 YAMADA NAOTOMI
 MURAYAMA MASATOSHI

(54) MANUFACTURE OF SEAMLESS TUBE MADE OF ALPHA TYPE OR ALPHA+BETA TYPE TITANIUM ALLOY HAVING SMALL AEOLOTROPY OF MATERIAL IN LONGITUDINAL DIRECTION AND PERIPHERAL DIRECTION AND EXCELLENT IN STRENGTH IN THICKNESS DIRECTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a tube excellent in strength in a thickness direction by performing working with a specific area reducing factor to a titanium alloy at specific temperature, and making a ratio of a total area reducing factor making a flow of material occur in a peripheral direction to a total area reducing factor making a flow of material occur in a longitudinal direction to a specific range.

SOLUTION: In the manufacture of the seamless tube made of the α type titanium alloy by a rolling system, working with the area reducing factor of 40% or over is performed in the temperature area of β transformation point or blow. In the working, the ratio of the total area reducing factor in a rolling process making the flow of the material occur in the peripheral direction to the total area reducing factor in the rolling process making the flow of the material occur in the longitudinal direction, is set to the range of 0.5 to 2.0. Consequently, the seamless tube made of the high α type or the α + β type titanium alloy, having the small aeolotropy of the material in the longitudinal direction and the peripheral direction, and whose strength in the thickness direction exceeds the strength in the longitudinal direction and the peripheral direction, can be manufactured.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]
 [Date of sending the examiner's decision of rejection]
 [Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]
 [Date of final disposal for application]
 [Patent number]
 [Date of registration]
 [Number of appeal against examiner's decision of rejection]
 [Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]
 [Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-94804

(43)公開日 平成10年(1998) 4月14日

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

F I

B 2 1 B 3/02

B 2 1 B 3/02

17/00

17/00

C 2 2 C 14/00

C 2 2 C 14/00

Z

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 10 頁)

(21)出願番号

特願平8-252102

(22)出願日

平成8年(1996) 9月24日

(71)出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町 2丁目 6番 3号

(72)発明者 藤井 秀樹

千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式
会社技術開発本部内

(72)発明者 添田 精一

東京都千代田区大手町 2-6-3 新日本
製鐵株式会社内

(72)発明者 山田 直臣

東京都千代田区大手町 2-6-3 新日本
製鐵株式会社内

(74)代理人 弁理士 田村 弘明

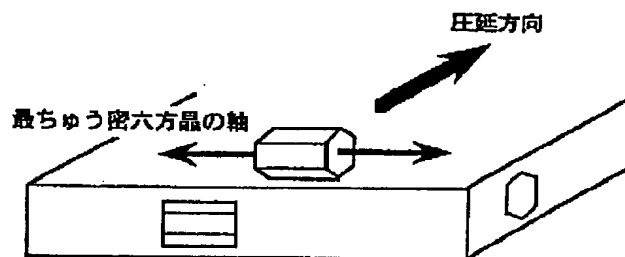
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 長さ方向と周方向の材質異方性が小さく、厚さ方向の強度に優れた α 型または $\alpha + \beta$ 型チタン合金製継ぎ目無し管の製造方法

(57)【要約】

【課題】 本発明は、長さ方向および周方向の両方向の強度特性が同程度に高く、また十分な延性をも有し、さらに、厚さ方向の強度が、長さ方向および周方向のそれを上回って高い、 α 型または $\alpha + \beta$ 型チタン合金製継ぎ目無し管を製造する方法を提供する。

【解決手段】 α 型または $\alpha + \beta$ 型チタン合金継ぎ目無し管を、圧延方式により製造する方法において、製管の周方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計と、製管の長さ方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計との比が、0.5～2.0の範囲で、全減面率が40%以上の加工を、 β 変態点以下の温度域で行う。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 α 型チタン合金製継ぎ目無し管を圧延方式により製造する方法において、前記チタン合金を β 変態点以下の温度域で40%以上の減面率の加工を行い、その加工において周方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計と、長さ方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計との比が0.5～2.0の範囲であることを特徴とする、長さ方向と周方向の材質異方性が小さく、厚さ方向の強度に優れた α 型チタン合金製継ぎ目無し管の製造方法。

【請求項2】 $\alpha + \beta$ 型チタン合金製継ぎ目無し管を圧延方式により製造する方法において、前記チタン合金を β 変態点以下の温度域で40%以上の減面率の加工を行い、その加工において周方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計と、長さ方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計との比が0.5～2.0の範囲であることを特徴とする、長さ方向と周方向の材質異方性が小さく、厚さ方向の強度に優れた $\alpha + \beta$ 型チタン合金製継ぎ目無し管の製造方法。

【請求項3】 $\alpha + \beta$ 型チタン合金が、Ti-Fe-O-N系で、酸素と窒素を合計で0.3重量%以上含有することを特徴とする、請求項2に記載の長さ方向と周方向の材質異方性が小さく、厚さ方向の強度に優れた $\alpha + \beta$ 型チタン合金製継ぎ目無し管の製造方法。

【請求項4】 さらに、0.05～0.5重量%の白金族元素を含有する $\alpha + \beta$ 型チタン合金であることを特徴とする、請求項1、2または3の何れか1項に記載の長さ方向と周方向の材質異方性が小さく、厚さ方向の強度に優れた $\alpha + \beta$ 型チタン合金製継ぎ目無し管の製造方法。

【請求項5】 周方向に材料の流れを生じさせる圧延が傾斜ロールを用いた圧延であり、長さ方向に材料の流れを生じさせる圧延がカリバーロールを用いた圧延である請求項1、2、3または4の何れか1項に記載の長さ方向と周方向の材質異方性が小さく、厚さ方向の強度に優れた $\alpha + \beta$ 型チタン合金製継ぎ目無し管の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、長さ方向と周方向の材質異方性が小さく、厚さ方向の強度に優れた α 型または $\alpha + \beta$ 型チタン合金からなる継ぎ目無し管の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】チタン合金は軽量、高強度、高耐食性を有しており、近年、地熱開発、海底油田・ガス田開発などの大深度、高温、高圧、高腐食の極限環境に適した素材として期待されている。中でも、航空機用途で高い実績を誇る α 型および $\alpha + \beta$ 型チタン合金や、これに少量のPdやRuを添加して耐食性をさらに高めた高耐食性 $\alpha + \beta$ 型チタン合金は、特に優れた極限環境用素材とし

て有望視されている。

【0003】上記用途においては、管が主要製品形状であり、チタン合金製管材の製造方法として、板を曲げ加工し溶接する方法（溶接管）、熱間押し出しによる方法（継ぎ目無し管）、熱間プレスや圧延法により穿孔し、さらに押し出し、プレス、あるいは延伸一定型一絞り、磨管一定型等の圧延を順次行い造管する方法（継ぎ目無し管）などが検討されている。このうち、加熱した中実ピレットを穿孔、延伸、磨管、定型、絞り等の圧延工程を連続的に行い、中空の管に造管する「圧延方式」は、特性の劣化が懸念される溶接部のない継ぎ目無し管が製造できるので、補修や部品交換等が極めて困難な上述の極限環境用途でも、長期間安定して使用できる利点を有しており、さらに、同方法は材料歩留りが高く、製造効率も高いことから、材料そのものが高価なチタン合金では特に有利な方法である。

【0004】一方、 α 型または $\alpha + \beta$ 型チタン合金の主相である α 相の結晶構造は、対称性に乏しい最ちゅう密六方晶であり、集合組織が発達しやすく、その結果、強度特性に大きな異方性を生じやすい。すなわち、優れた特性が特定方向に集中し、他の方向の特性が劣悪なものとなりやすい。上述の極限環境下のように、管の内と外から強大な圧力を受けるような場合、長さ方向および周方向の両方向の強度特性が同程度に高いことが望ましく、さらに、厚さ方向の強度は長さ方向および周方向のそれを上回って高いことが望まれる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】強度の異方性のない等方的材質の管材を圧延方式により製造する方法としては、熱間加工工程すべてを β 変態点以上の β 単相温度域で行い、同時に β 相を再結晶させ、その後の冷却中に析出する α 相の結晶方位をランダムなものとする方法がある。また、圧延温度は問わないが、圧延終了後の熱処理を β 変態点以上で行い、 β 相をいったん再結晶させて、その後の冷却中に析出する α 相の結晶方位をランダムなものとする方法がある。しかし、このような方法によって等方的な材質は得られるものの、延性が低下してしまうという問題点があった。これは、 β 単相域は拡散が速いため β 粒が粗大化すること、および冷却中に β 粒界および β 粒内に各々延性に乏しい板状 α 相および針状 α 相が析出するためである。また、厚さ方向を含めて強度特性が均一となるため、厚さ方向の強度を特に高めることもできない。

【0006】以上のような問題点に鑑み、本発明は、長さ方向および周方向の両方向の強度特性が同程度に高く、また十分な延性を有し、さらに、厚さ方向の強度は長さ方向および周方向のそれを上回って高い、 α 型または $\alpha + \beta$ 型チタン合金製継ぎ目無し管を製造する方法を提供するものである。

【0007】

10

20

30

40

50

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するための本発明は、(1) α 型チタン合金製継ぎ目無し管を圧延方式により製造する方法において、前記チタン合金を β 変態点以下の温度域で40%以上の減面率の加工を行い、その加工において周方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計と、長さ方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計との比が0.5~2.0の範囲であることを特徴とする、長さ方向と周方向の材質異方性が小さく、厚さ方向の強度に優れた α 型チタン合金製継ぎ目無し管の製造方法、(2)

$\alpha + \beta$ 型チタン合金製継ぎ目無し管を圧延方式により製造する方法において、前記チタン合金を β 変態点以下の温度域で40%以上の減面率の加工を行い、その加工において周方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計と、長さ方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計との比が0.5~2.0の範囲であることを特徴とする、長さ方向と周方向の材質異方性が小さく、厚さ方向の強度に優れた $\alpha + \beta$ 型チタン合金製継ぎ目無し管の製造方法、である。

【0008】前記 $\alpha + \beta$ 型チタン合金が、Ti-Fe-O-N系で、酸素と窒素を合計で0.3重量%以上含有し、さらに、上記 α 型および $\alpha + \beta$ 型チタン合金には、必要により0.05~0.5重量%の白金族元素を含有した場合に、特に本発明の多大な効果が発揮される。また、前記した周方向に材料の流れを生じさせる圧延としては傾斜ロールを用いた圧延が好適であり、長さ方向に材料の流れを生じさせる圧延はカリバーロールを用いた圧延が好適である。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明では、 α 型または $\alpha + \beta$ 型チタン合金によって継ぎ目無し管を製造する。 α 型チタン合金とは、平衡状態において室温で α 相が95%以上を占める合金で、Ti-5Al-2.5Snがその代表的合金である。 $\alpha + \beta$ 型チタン合金とは、平衡状態において室温で75~95%程度の α 相を主相とし、残部の大部分が β 相であるチタン合金であって、 β 単相温度域から焼入れた場合に全体あるいは一部がマルテンサイト変態する種類の合金である。代表的な $\alpha + \beta$ 型チタン合金としては、Ti-6Al-4V、Ti-3Al-2.5V、Ti-6Al-6V-2Sn、Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo、Ti-4.5Al-3V-2Mo-2Feなどを挙げることができる。

【0010】上記 α 型または $\alpha + \beta$ 型合金中の進入型不純物元素を低減したELIグレードも、 α 型または $\alpha + \beta$ 型チタン合金に属する。また、近年開発された、Feを0.9~2.3%程度含有し、さらに酸素および窒素を合計で0.1~0.6%程度添加したTi-Fe-O-N系合金も $\alpha + \beta$ 型チタン合金である。このようなTi-Fe-O-N系 $\alpha + \beta$ 型チタン合金には、0.25%以下のNiやCrが不純物として含まれる場合もある。

る。また、耐食性を高めるために、これら α 型および $\alpha + \beta$ 型チタン合金に、0.05~0.5%程度の白金族元素を添加した合金も同じく α 型または $\alpha + \beta$ 型チタン合金に属する。

【0011】 α 型または $\alpha + \beta$ 型チタン合金は、 α 相または β 相以外に、 ω 相、Ti-Al系規則相、Ti-O系規則相、Ti-N系規則相、FeTi相などの金属間化合物相、 Y_2O_3 、 Er_2O_3 、TiB、シリサイド、チタン系あるいは希土類元素系硫化物などの介在物や析出物を少量含有するものがあるが、実質的には β 変態点以下の温度域では $\alpha + \beta$ の二相を基本としており、 β 変態点以上では α 相の体積分率は零で、それ以下の温度では温度の低下とともに α 相の割合が増加し、合金種によって異なるが、室温において、 α 型合金では95%以上、 $\alpha + \beta$ 型合金では75~95%の α 相と残部 β 相で構成されるようになる。

【0012】本発明者等は、上記 α 型または $\alpha + \beta$ 型チタン合金の継ぎ目無し管を圧延方式により製造する際の、穿孔、延伸、磨管、定型、絞り等の一連の圧延工程における加工様式とロール方式を詳細に解析した結果、

1) 厚板圧延等の板圧延に比べて、歪み速度が高く、せん断変形成分の多い圧延方式による継ぎ目無し管の製造工程では、 β 変態点以下の温度域において40%以上の減面率の加工を行うことにより、 β 粒界に生成した板状 α 相や β 粒内の針状 α 相が、延性の高い等軸組織ないしは延伸 α 相に変換でき、10%以上の高い引張伸びが確保できる、

2) 円周方向の強度特性と長さ方向の強度特性の差は、 β 変態点以下の温度域での加工のうち、傾斜ロールを用いた圧延工程における減面率とカリバーロールを使用した圧延工程における減面率の比に強く依存する、という二つの知見を見出した。

【0013】本発明は、上記二つの知見に基づきなされたものであり、 α 型または $\alpha + \beta$ 型チタン合金製継ぎ目無し管を圧延方式により製造する方法において、 β 変態点以下の温度域で40%以上の減面率の加工を行い、その加工において周方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計と、長さ方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計との比を0.5~2.0の範囲とすることを特徴とする。

【0014】 β 変態点以下の温度域で40%以上の減面率の加工を行うこととしたのは、先に本発明者らが見出した1)の知見に基づくものであり、これにより引張伸びが10%以上の十分な延性が確保される。 β 変態点以下の温度域での加工量が40%に満たない場合、延性に乏しい板状 α 相や針状 α 相が残存するために10%以上の高い引張伸びが得られない。

【0015】次に、 β 変態点以下の温度域での加工において、周方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計と、長さ方向に材料の流れを生じさせる

圧延工程における減面率の合計との比を0.5~2.0の範囲としたのは、下記の理由による。チタン合金を β 変態点近傍の温度域で圧延すると、材料の流れの方向と垂直な方向に最ちゅう密六方晶の軸が向いた α 相集合組織を呈する。この軸方向の強度は、他の方向に対して著しく高くなるため、圧延方向に比べて圧延方向と垂直な方向の強度が著しく高くなる(図1参照)。すなわち、周方向に材料の流れを生じさせる圧延を行うと、長さ方向の強度が周方向よりも高くなり、逆に長さ方向に材料の流れを生じさせる圧延をすると、周方向の強度が長さ方向に比べて高くなるわけである。そこで、周方向に材料の流れを生じさせる圧延と長さ方向に材料の流れを生じさせる圧延の両方を適当に組み合わせて行くと、両圧延方向に共通な垂直方向である厚さ方向に、最ちゅう密六方晶の軸が向いた α 相集合組織を呈するようになる(図2参照)。

【0016】このような集合組織が発達すると、周方向と長さ方向の材質特性差は小さくなり、また、厚さ方向の強度は他の方向に比べて高くなる。このような α 相集合組織を形成させるためには、 β 変態点以下の $\alpha + \beta$ 域での加工工程において、周方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計と長さ方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計との比が0.5~2.0の範囲であることが必要である。この範囲を逸脱すると、周方向もしくは長さ方向のうちの一方の強度のみが著しく高くなるとともに、厚さ方向の強度向上も達成されなくなる。

【0017】上記の周方向に材料の流れを生じさせる圧延としては、傾斜ロールを使用した圧延が好適である。傾斜ロールを使用した圧延では、長さ方向に対して70度前後~90度弱の角度をなして材料の流れが生ずる。換言すれば、円周方向に対して、0度強~20度前後の角度をなして材料の流れが生ずる。

【0018】一方、長さ方向に材料の流れを生じさせる圧延としては、カリバーロールを使用した圧延が好適である。カリバーロールを使用した圧延工程では、管内にプラグやマンドレルが挿入されている場合とそうでない場合で若干異なるが、長さ方向と平行もしくは長さ方向と10度前後までの角度をなして材料の流れが生ずる。換言すれば、周方向と垂直もしくは周方向と10度前後までの角度をなして材料の流れが生ずる。

【0019】なお、「従来の技術」の項で述べたように、「圧延方式」による継ぎ目無し管の製造は、通常、穿孔、延伸、磨管、定型、絞り等の呼称の種々の圧延工程からなっており、傾斜ロールを使用した圧延工程とカリバーロールを使用した圧延工程からなっている。ただし、本発明においては、各々の圧延工程が特定方式のロールを固定して使用するのを必須としているわけではなく、圧延ミルによっては、穿孔を傾斜ロール方式で行う場合もあるし、カリバーロール方式によって行う場合も

ある。後者の場合、補助的に圧延素材を後方からプレスする場合もある。また、延伸工程をはじめ他の圧延工程も同様であり、各々が、傾斜ロール方式であったり、カリバーロール方式を用いる場合もある。すなわち、穿孔を傾斜ロール方式、延伸以降の工程をカリバーロール方式で行ってもよいし、その逆も可能である。また、穿孔、延伸、磨管、定型の一連の工程が、傾斜ロール、カリバーロール、傾斜ロール、カリバーロールといったように交互に配置された構成など傾斜ロール圧延とカリバーロール圧延の組合せが如何ようであっても、傾斜ロールの使用工程における減面率の合計とカリバーロールの使用工程における減面率の合計との比が、本発明の範囲内である限り、本発明の効果が発揮可能である。

【0020】また、本発明は、造管後の熱処理や矯正、精整などの工程について、これらを規制するものではない。すなわち、焼鈍、溶体化時効、溶体化過時効等の種々の熱処理を行うことが可能であるし、熱間、冷間での矯正や、研削、切削、酸洗等の種々の精整工程を行うことが可能である。ただし、 β 変態点以上に加熱すると、せっかく生成した優れた α 相集合組織をすべて破砕してしまうので、これは避けなくてはならない。

【0021】さらに、本発明では、造管行程の途中で、再加熱を行い、その後さらに圧延工程を行うことも可能である。ただし、 β 変態点以上の温度にまで再加熱すると、再加熱前の $\alpha + \beta$ 域での加工履歴がすべて消えてしまうのでこれは避けなくてはならない。もし、 β 変態点以上の温度に再加熱した場合は、その後の圧延工程において本発明の方法が適用されなくてはならない。

【0022】さて、上述した本発明の方法は、チタン合金としては α 型または $\alpha + \beta$ 型チタンに適用するものであるが、特に $\alpha + \beta$ 型チタンでは、特に酸素と窒素を合計で0.3重量%以上含有したTi-Fe-O-N系において本発明の効果がよく発揮される。

【0023】一般に、Ti-Fe-O-N系チタン合金は、Feを0.9~2.3%程度含有し、さらに酸素および窒素を合計で0.1~0.6%程度含有している。前記したFeの下限含有量は組織微細化のために必要な量として、また上限量は凝固偏析を生じない量として規定されたものである。また、酸素および窒素は、強化元素であり、添加量に応じて種々の強度レベルが達成されている。ただし、0.6重量%を超えると、延性が低下するため、実用的には使用されていない。このTi-Fe-O-N系合金は、熱間変形抵抗が低いため、 β 変態点以下の温度域で加工しやすく、継ぎ目無し管を圧延方式で製造しやすいという特徴を有する反面、 α 相集合組織を形成しやすいという特性を有しているため、強い材質異方性も生じ易い。

【0024】このような特徴を有するTi-Fe-O-N系合金に対しては、本発明は特に有効であり多大な効果が発揮される。本発明でTi-Fe-O-N系合金の

酸素と窒素の合計を0.3重量%以上としたのは、酸素および窒素は強度を確保するための元素であり、これらが総計で0.3重量%以上含まれるような高強度材でないと、異方性自体がさほど問題とされないからである。また、酸素と窒素の総量の上限値は特に規制しないが、酸素と窒素の総量は通常添加される量と同様に0.6重量%程度以下とすることが望ましい。また、Feの含有量については、通常添加される0.9~2.3重量%の範囲が望ましい。

【0025】前記Ti-Fe-O-N系合金には、必要により、さらに0.05~0.5重量%の白金族元素を添加することができる。白金族元素の添加は、チタン合金の耐食性をさらに高めるために有効であるが、0.05重量%未満ではその作用効果が小さく、0.5重量%以上添加しても作用効果が飽和し、コスト的に無駄である。

【0026】

【実施例】以下に、実施例で本発明をさらに詳しく説明する。図3は試験に用いた造管ミルの概要を示す。ミル*

*Aは傾斜ロール方式の穿孔、ミルBはカリバーロール方式の穿孔を行う工程からなっている。また、ミルCは、ミルBで造管された素材を再加熱し、さらに小径の管とする工程である。

【0027】(試験1)表1に示すように、1.5重量%のFe、0.5重量%の酸素、0.04重量%の窒素を含有する $\alpha+\beta$ 型チタン合金(β 変態点:950℃)を、真空アーク2回溶解し、分塊圧延により、170mm直径の円形断面のピレットとし、図3のミルA工程で表1に示す条件で、外径161.4mm、厚さ7.0mmの継ぎ目無し管とし、長さ方向、周方向、厚さ方向(径方向)に、直径5mm、長さ6mmの円柱状試験片を切り出し、圧縮試験を行い、0.2%耐力を測定した。また、長さ方向には、ゲージ部の幅12.5mm、厚さ4mm、長さ80mmの引張試験片を切り出し、引張試験を行い、伸びを測定した。

【0028】

【表1】

試験番号	合 金	圧延温度域(上)と減面率(下)				β 変態点以下の圧延減面率	R*	熱 処 理	備 考
		穿 孔	延 伸	磨 管	定 型				
1	Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]	β 70%	$\alpha+\beta$ 47%	$\alpha+\beta$ 2%	$\alpha+\beta$ 4%	50%	0.04	710℃-1h/空冷	比 較 例
2	Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]	β 70%	β 47%	β 2%	β 4%	0	-	710℃-1h/空冷	従来技術例
3	Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]	β 70%	$\alpha+\beta$ 47%	$\alpha+\beta$ 2%	$\alpha+\beta$ 4%	50%	0.04	1000℃-1h/空冷 +710℃-1h/空冷	従来技術例
4	Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]	$\alpha+\beta$ 70%	$\alpha+\beta$ 47%	$\alpha+\beta$ 2%	$\alpha+\beta$ 4%	100%	1.41	710℃-1h/空冷	本 発 明 例
5	Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]	$\alpha+\beta$ 70%	$\alpha+\beta$ 47%	$\alpha+\beta$ 2%	$\alpha+\beta$ 4%	100%	1.41	920℃-1h/水冷 +710℃-1h/空冷	本 発 明 例

*R: β 変態点以下の加工において、傾斜ロールを使用した圧延工程における減面率の和と、カリバーロールを使用した圧延工程における減面率の和の比

【0029】試験結果を表4に示す。試験番号1は、 β 域で70%の穿孔を行い、その後、延伸、磨管、定型の工程を $\alpha+\beta$ 域で50%の減面率で行い、焼鈍を行った場合である。表4に示すように、長さ方向と周方向の0.2%耐力比が0.76と、周方向が著しく高くなっている。また、厚さ方向の0.2%耐力は、長さ方向と周方向の0.2%耐力の平均値よりも低くなっている。これは、 $\alpha+\beta$ 域で50%の減面率の強加工を行っても、傾斜ロールを使用した圧延工程とカリバーロールを使用した圧延工程の減面率の合計の比が、本発明で規定した0.5~2.0の範囲から逸脱したために、周方向と長さ方向の材質異方性を解消して厚さ方向の強度を向

上させる α 相集合組織が形成しなかったためである。

【0030】試験番号2は、全造管工程を β 変態点以上の β 単相温度域で行い、同時に β 相を再結晶させ、その後の冷却中に析出する α 相の結晶方位をランダムなものとした場合である。また、試験番号3は、圧延終了後の熱処理を β 変態点以上で行い、 β 相をいったん再結晶させて、その後の冷却中に析出する α 相の結晶方位をランダムなものとした場合である。このような方法では、表4に示すように、等方的な強度特性は得られても、 β 粒の粗大化、および冷却中に生成した低延性の板状および針状 α 相のために10%未満の低い伸びしか得られていない。また、強度特性が均一となるため、厚さ方向の強

度も特に高いものとはなっていない。

【0031】以上の例に対し、本発明の実施例である試験番号4および5は、表4に示すように、いずれも長さ方向と周方向の0.2%耐力比が1.0±0.1の範囲にある等方的材質を示し、厚さ方向の0.2%耐力も、長さ方向と周方向の0.2%耐力の平均値よりも10%以上高くなっている。また、伸びも10%をはるかに上回る20%近傍の値が得られている。両例の熱処理は、試験番号4が焼鈍、試験番号5が溶体化過時効処理と異なっているが、ともにβ変態点以下の熱処理であり、両者とも所望の特性が得られている。

【0032】(試験2)試験1に供したTi-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N](β変態点:950℃)に加え、1.5重量%のFe、0.3重量%の酸素、0.04重量%の窒素を含有するα+β型チタン合金Ti-1.5Fe-0.3[O]-0.04[N](β変態点:930℃)、1.5重量%のFe、0.25重量%の酸素、0.02重量%の窒素を含有するα+β型チタン合金Ti-1.5Fe-0.25[O]-*

*0.02[N](β変態点:920℃)、α+β型チタン合金Ti-6Al-4V(β変態点:990℃)およびTi-6Al-4V ELI+0.2Pd(β変態点:975℃)、α+β型チタン合金Ti-3Al-2.5V(β変態点:920℃)、α型チタン合金Ti-5Al-2.5Sn ELI(β変態点:1035℃)を、真空アーク2回溶解し、分塊圧延により、210mm×210mmの矩形断面のブルームとし、ミルBの工程で表2に示す条件で、外径251.7mm、厚さ16.5mmの継ぎ目無し管とし、長さ方向、周方向、厚さ方向(径方向)に、直径10mm、長さ12mmの円柱状試験片を切り出し、圧縮試験を行い、0.2%耐力を測定した。また、長さ方向および周方向には、ゲージ部の直径6.35mm、長さ30mmの引張試験片を切り出し、引張試験を行い、伸びを測定した。熱処理はすべて710℃1h/空冷の焼鈍処理である。

【0033】

【表2】

試験番号	合 金	圧延温度域(上)と減面率(下)						β変態点以下の圧延減面率	R*	備 考
		穿 孔	No.1延伸	No.2延伸	No.3延伸	磨 雪	定 型			
6	Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]	β 11.8%	β 41.7%	α+β 30%	α+β 13.5%	-	α+β 11.3%	46.2%	1.20	本発明例
7	Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]	β 20.0%	β 48.9%	α+β 24.3%	α+β 13.5%	-	α+β 11.3%	35.0%	0.98	比較例
8	Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]	α+β 20.0%	α+β 46.9%	α+β 24.3%	α+β 13.5%	-	α+β 11.3%	100%	1.59	本発明例
9	Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]	α+β 13.0%	α+β 40.9%	α+β 30.0%	α+β 13.5%	-	α+β 11.3%	100%	1.88	本発明例
10	Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]	α+β 9.5%	α+β 43.2%	α+β 30.0%	α+β 13.5%	-	α+β 11.3%	100%	2.13	比較例
11	Ti-1.5Fe-0.3[O]-0.04[N]	α+β 20.0%	α+β 46.9%	α+β 24.3%	α+β 13.5%	-	α+β 11.3%	100%	1.59	本発明例
12	Ti-1.5Fe-0.25[O]-0.02[N]	α+β 20.0%	α+β 46.9%	α+β 24.3%	α+β 13.5%	-	α+β 11.3%	100%	1.59	本発明例
13	Ti-6Al-4V	β 11.8%	β 41.7%	α+β 30%	α+β 13.5%	-	α+β 11.3%	46.2%	1.20	本発明例
14	Ti-3Al-2.5V	β 11.8%	β 41.7%	α+β 30%	α+β 13.5%	-	α+β 11.3%	46.2%	1.20	本発明例
15	Ti-6Al-4V ELI+0.2Pd	β 11.8%	β 41.7%	α+β 30%	α+β 13.5%	-	α+β 11.3%	46.2%	1.20	本発明例
16	Ti-5Al-2.5Sn ELI	β 11.8%	β 41.7%	α+β 30%	α+β 13.5%	-	α+β 11.3%	46.2%	1.20	本発明例

*R: β変態点以下の加工において、傾斜ロールを使用した圧延工程における減面率の和と、カリバーロールを使用した圧延工程における減面率の和の比

【0034】試験結果を表4に示す。試験番号6, 8, 9, 11は、酸素と窒素を合計で0.3重量%以上含むTi-Fe-O-N系α+β型チタン合金に対し本発明を適用した本発明例である。表4に示すように、いずれも長さ方向と周方向の0.2%耐力比が1.0±0.1の範囲にある等方的材質であり、厚さ方向の0.2%耐力も、長さ方向と周方向の0.2%耐力の平均値よりも10%以上高くなっている。また、伸びも10%を十分に上回っており、本発明の効果が十分に発揮されてい

る。これに対し、試験番号7では、伸びが10%に未達であった。これは、β変態点以下のα+β域での加工が、35%の減面率でしかなかったため、延性に乏しい板状α相や針状α相が残存したためである。厚さ方向の強度もさほど高くなっていない。また、試験番号10では、長さ方向の強度が周方向に比べて著しく高くなっており、厚さ方向の強度もさほど高くなっていない。高強度であった長さ方向の引張伸びもわずか5.55%しか得られていない。これは、傾斜ロールを使用した圧延工

程における減面率の和と、カリバーロールを使用した圧延工程における減面率の和の比が、本発明で規定した0.5～2.0の範囲よりも大きかったためである。

【0035】なお、試験番号12もTi-Fe-O-N系 $\alpha + \beta$ 型チタン合金であり、表4に示すように、良好な結果が得られているが、酸素窒素の合計が0.3%に満たないために、0.2%耐力が高々600MPa程度の合金であり、元々強度異方性が特に問題となるような合金ではない。したがって、確かに本発明の効果は現れてはいるが、本発明で対象としている高強度Ti-Fe-O-N系合金ほどその効果を強調できるものではなかった。

【0036】次に、試験番号13、14、15、16は、各々、Ti-6Al-4V、Ti-3Al-2.5V、Ti-6Al-4V ELI+0.2Pd、Ti-5Al-2.5Snの $\alpha + \beta$ 型および α 型合金に本発明を適用した例である。表4に示すように、いずれの場合も、長さ方向と周方向の0.2%耐力比が1.0±0.1の範囲にある等方的材質であり、厚さ方向の0.2%耐力も、長さ方向と周方向の0.2%耐力の平均値よりも10%以上高くなっている。また、伸びも10%を十分に上回っており、本発明の効果が十分に発揮されている。

【0037】(試験3) 試験1および2に供したTi-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N] (β 変態点: 950℃) に加え、1.5重量%のFe、0.5重量%の酸素、0.04重量%の窒素、0.04%のPd*

*を含有する $\alpha + \beta$ 型チタン合金Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]-0.04Pd (β 変態点: 948℃)、1.5重量%のFe、0.5重量%の酸素、0.04重量%の窒素、0.06%のPdを含有する $\alpha + \beta$ 型チタン合金Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]-0.06Pd (β 変態点: 946℃)、1.5重量%のFe、0.5重量%の酸素、0.04重量%の窒素、0.4%のRuを含有する $\alpha + \beta$ 型チタン合金Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]-0.4Ru (β 変態点: 944℃)、1.5重量%のFe、0.5重量%の酸素、0.04重量%の窒素、0.6%のRuを含有する $\alpha + \beta$ 型チタン合金Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]-0.6Ru (β 変態点: 942℃) を、真空アーク2回溶解し、分塊圧延により、210mm×210mmの矩形断面のブルームとし、ミルBおよびミルCの工程によって、表3に示す条件で外径178mm、厚さ13mmの継ぎ目無し管とし、長さ方向、周方向、厚さ方向(径方向)に、直径10mm、長さ12mmの円柱状試験片を切り出し、圧縮試験を行い、0.2%耐力を測定した。また、長さ方向からは、ゲージ部の直径6.35mm、長さ30mmの引張試験片を切り出し、引張試験を行い、伸びを測定した。熱処理はすべて710℃-1h/空冷の焼鈍処理である。また、ミルBからミルCへ移る際の再加熱は β 変態点以下の $\alpha + \beta$ 域である850℃である。

【0038】

【表3】

試験 番号	合 金	圧延温度域（上）と減面率（下）										β変態点以下 の圧延減面率	R*	備 考
		ミ ル B						ミ ル C #2						
		穿 孔	No.1磨	No.2磨	No.3磨	磨 管	定 型	絞 り	延 伸	絞 り				
17	Ti-1.5Fe-0.5[O] -0.04[N]	β 11.8%	α+β 41.7%	α+β 37.4%	α+β 8.3%	α+β 0.9%	α+β 5.5%	α+β 30.5%	α+β 14.7%	α+β 6.8%	82.7%	1.22	本発明例	
18	Ti-1.5Fe-0.5[O] -0.04[N]	α+β 11.8%	α+β 41.7%	α+β 37.4%	α+β 8.3%	α+β 0.9%	α+β 5.5%	α+β 30.5%	α+β 14.7%	α+β 6.8%	100%	1.03	本発明例	
19	Ti-1.5Fe-0.5[O] -0.04[N]	α+β 30.0%	α+β 30.0%	α+β 34.3%	α+β 13.5%	—	α+β 11.3%	α+β 30.5%	α+β 14.7%	α+β 6.8%	100%	0.60	本発明例	
20	Ti-1.5Fe-0.5[O] -0.04[N]	α+β 40.0%	α+β 30.0%	α+β 23.4%	α+β 13.5%	—	α+β 11.3%	α+β 30.5%	α+β 14.7%	α+β 6.8%	100%	0.46	比 較 例	
21	Ti-1.5Fe-0.5[O] -0.04[N]-0.04Pd	β 11.8%	α+β 41.7%	α+β 37.4%	α+β 8.3%	α+β 0.9%	α+β 5.5%	α+β 30.5%	α+β 14.7%	α+β 6.8%	82.7%	1.22	本発明例	
22	Ti-1.5Fe-0.5[O] -0.04[N]-0.06Pd	β 11.8%	α+β 41.7%	α+β 37.4%	α+β 8.3%	α+β 0.9%	α+β 5.5%	α+β 30.5%	α+β 14.7%	α+β 6.8%	82.7%	1.22	本発明例	
23	Ti-1.5Fe-0.5[O] -0.04[N]-0.4Ru	β 11.8%	α+β 41.7%	α+β 37.4%	α+β 8.3%	α+β 0.9%	α+β 5.5%	α+β 30.5%	α+β 14.7%	α+β 6.8%	82.7%	1.22	本発明例	
24	Ti-1.5Fe-0.5[O] -0.04[N]-0.6Ru	β 11.8%	α+β 41.7%	α+β 37.4%	α+β 8.3%	α+β 0.9%	α+β 5.5%	α+β 30.5%	α+β 14.7%	α+β 6.8%	82.7%	1.22	本発明例	

*R: β 変態点以下の加工において、傾斜ロールを使用した圧延工程における減面率の和と、カリバーロールを使用した圧延工程における減面率の和の比

*2 再加熱温度は900℃で、試験したすべての合金において β 変態点以下の温度である。

【0039】

【表4】

試験 番号	圧延試験 (0.2%耐力/MPa)			引張試験 (伸び%)		20/0.1H ^{#1}	L/H ^{#2}	備 考
	長さ方向	周 方 向	厚さ方向	長さ方向	周 方 向			
1	801	1048	901	19.8		0.97	0.76	比 較 例
2	903	900	903	7.5		1.00	1.00	従来技術例
3	910	911	915	5.2		1.00	1.00	従来技術例
4	924	883	1036	20.3		1.15	1.05	本発明例
5	929	911	1040	19.7		1.13	1.02	本発明例
6	917	890	1003	15.6	16.9	1.11	1.03	本発明例
7	901	898	928	9.2	8.8	1.04	1.00	比 較 例
8	950	882	1052	15.0	20.7	1.15	1.08	本発明例
9	948	869	1045	13.8	20.6	1.15	1.09	本発明例
10	1041	803	920	5.5	22.3	1.00	1.30	比 較 例
11	724	690	792	22.2	23.8	1.12	1.05	本発明例
12	608	591	666	25.6	28.7	1.11	1.03	本発明例
13	908	890	1001	12.1	12.6	1.11	1.02	本発明例
14	714	702	786	20.0	18.7	1.11	1.02	本発明例
15	877	852	957	14.3	15.0	1.11	1.03	本発明例
16	823	799	909	12.8	15.1	1.12	1.03	本発明例
17	901	879	1011	20.1		1.14	1.03	本発明例
18	900	902	1037	21.2		1.15	1.00	本発明例
19	882	926	1038	25.3		1.15	0.95	本発明例
20	803	1066	905	27.6		0.97	0.75	比 較 例
21	907	890	1019	20.9		1.13	1.02	本発明例
22	907	891	1021	21.2		1.14	1.02	本発明例
23	909	905	1028	21.0		1.13	1.00	本発明例
24	910	904	1028	21.3		1.13	1.01	本発明例

#1 厚さ方向 (R) の0.2%耐力と、長さ方向 (L) と周方向 (H) の0.2%耐力の平均値の比

#2 長さ方向 (L) の0.2%耐力と、周方向 (H) の0.2%耐力の比

【0040】試験結果を表4に示す。試験番号17, 18, 19は、Ti-1.5Fe-0.5[O]-0.04[N]に本発明を適用した例であり、表4に示すように、いずれの場合も長さ方向と周方向の0.2%耐力比が 1.0 ± 0.1 の範囲にある等方的材質であり、厚さ方向の0.2%耐力も、長さ方向と周方向の0.2%耐力の平均値よりも10%以上高くなっている。また、伸びも10%を十分に上回っており、本発明の効果が十分に発揮されている。しかし、試験番号20では、表4に示すように、周方向の強度が長さ方向に比べて著しく高くなっており、厚さ方向の強度もさほど高くない。これは、傾斜ロールを使用した圧延工程における減面率の和と、カリバーロールを使用した圧延工程における減面率の和の比が、本発明で規定する0.5~2.0の範囲よりも小さかったためである。

【0041】Ti-Fe-O-N系合金に、さらに白金族元素であるPdまたはRuを0.05~0.5重量%

添加した合金に本発明を適用した試験番号22, 23は、表4に示すように、すべて所望の優れた特性が得られており、白金族添加合金に対しても本発明の効果が十分に現れている。試験番号21も良好な結果が得られているが、0.04重量%のPd添加は耐食性改善にはさほど効果はないため、不純物の扱いであり、通常のTi-Fe-O-N系合金の一種である。また、試験番号24も良好な結果が得られているが、耐食性改善に必要な0.05~0.5重量%を超えてRuが不要に添加されており、コスト的に利点は認められない。

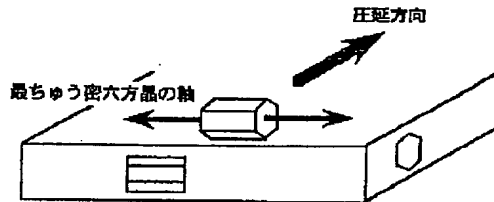
【0042】

【発明の効果】本発明では、 α 型または $\alpha + \beta$ 型チタン合金によって継ぎ目無し管を製造する方法において、チタン合金を β 変態点以下の温度域で40%以上の減面率の加工を行い、その加工において周方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合計と、長さ方向に材料の流れを生じさせる圧延工程における減面率の合

計との比を0.5～2.0の範囲内とすることによって、長さ方向と周方向の材質異方性が小さく、さらに厚さ方向の強度が長さ方向と周方向の強度を上回って高い、 α 型または $\alpha + \beta$ 型チタン合金製継ぎ目無し管を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】



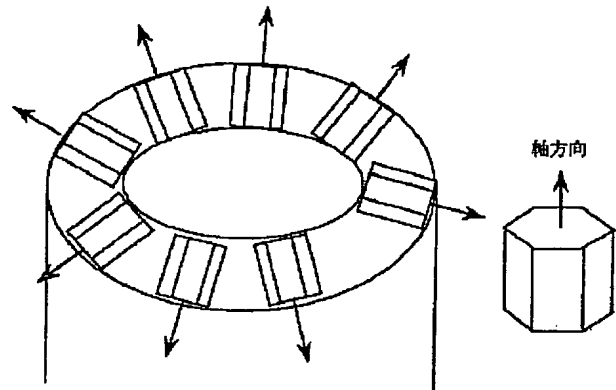
* 【図1】チタン合金の圧延方向と α 相集合組織の関係を示す図。

【図2】周方向と長さ方向の材質特性が均等で、厚さ方向の強度が高い α 相集合組織の模式的形成図。

【図3】試験を行った造管ミルのフロー概要を示す説明図。

*

【図2】



[illegible]

(72)発明者 村山 正俊
東京都千代田区大手町2-6-3 新日本
製鐵株式会社内